

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-059840

(43)Date of publication of application : 05.03.1996

(51)Int.Cl.

C08J 3/16
// C08L101:00

(21)Application number : 06-223953

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 26.08.1994

(72)Inventor : KAMIYAMA MIKIO
HAYASHI KENJI
KIKUCHI TOMOE

(54) NONSPHERICAL POLYMER PARTICLE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain polymer particles having a narrow particle size distribution and suitable for a toner etc.. by treating a liq. dispersion of particles of a polymer having ionically dissociatable groups (e.g. acrylic acid groups) with an electrolyte, a solvent, and a nonionic surfactant to form agglomerates and thermally fusing the particles in the agglomerates.

CONSTITUTION: Nonspherical polymer particles are formed by treating a liq. dispersion of particles of a polymer (A) having ionically dissociatable groups with an electrolyte (B) in a concn. higher than the critical agglomeration concn. of the dispersion, an org. solvent (C) infinitely sol. in water and a nonionic surfactant (D) to form agglomerates and thermally fusing the particles in the agglomerates. Component A is obtd. e.g. by copolymerizing a monomer having a carboxyl, sulfo, or amino group, etc., pref. by emulsion polymn.. and may be compounded with a pigment, a dye, etc., if required. Component B is pref. a salt of a monovalent metal. Component C is pref. methanol, etc. Using component D in a concn. higher than one-half the critical micelle concn. prevents excess agglomeration. The nonspherical polymer particles, having a narrow particle size distribution, is suitably used for an electrophotographic toner and a carrier for a physiologically active substance.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.02.2001

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3415939

[Date of registration] 04.04.2003

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A) (11)特許出願公開番号
特開平8-59840
(43)公開日 平成8年(1996)3月5日

(51)Int.Cl. C 08 J 3/16 // C 08 L 101:00	発明の名称	発明の要約	発明の要約
	重合体非球形粒子及びその製造方法		
(21)出願番号	特開平8-22953	(71)出願人	000001270 コニカ株式会社
(22)出願日	平成6年(1994)8月28日	(72)発明者	神山 幹夫 東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式 会社内
		(72)発明者	林 健司 東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式 会社内
		(72)発明者	菊地 智江 東京都日野市さくら町1番地 コニカ株式 会社内
		(74)代理人	伊理士 岩間 芳雄

(54)【発明の名称】 重合体非球形粒子及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 小粒径であり、粒度分布が狭く、充分な機械的強度を有する非球形粒子を高収率で製造できる製造方法、並びに、顔料、帯電制御剤、定着性改良剤等の添加剤を均一に分散でき、帯電制御剤、解像度が高く、カブリ、飛散等が生じにくい電子写真用トナー及び生理活性物質を固定する表面積が大きく、かつ、反応性を高めた際の圧縮損失が小さい生理活性物質固定担体を提供すること。

【構成】 イオン性解離基を有する重合体粒子を、重合体粒子分散液の境界凝集速度以上の電解質、水に無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面活性剤で処理し、複数の重合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次いで、凝集粒子を構成する重合体粒子間を加熱融着する非球形粒子の製造方法。

(2)

2

【0002】

【発明の背景】 従来、電子写真、帯電制御、帯電印刷などにおける帯電画像を現像するためのトナーは、一般的には、各種重合法で得られる樹状にカーボンブラック等の着色剤、帯電制御剤、帯電体等を乾式で混合し、押し出し機等により溶融混練し、次いで粉砕、分級することにより製造されている。

【0003】 また、トナーを、カーボンブラック等の着色剤、帯電制御剤、及び又は帯電体を適宜モノマー中へ分散混合したものを水中に分散し、懸濁重合することにより直接トナーを製造する方法、乳化重合により生成した重合体粒子を用いる方法 (特開60-220358号公報、特開4-28461号公報) も提案されている。

【0004】 しかしながら、樹脂等を溶融混練し、粉砕してトナーを得る方法は、トナー粒子の粒径の制御に限界があり、小粒径のトナーを収率良く製造することが困難であるばかりでなく、顔料、帯電制御剤、定着性改良剤等の添加剤の分散が不均一となり、トナー粒子の帯電分布がブロードになり易いという欠点を有していた。その結果、解像度が低く、カブリ、飛散等が生じ易かった。また、懸濁重合法によりトナー粒子を直接製造する方法も、小粒径の粒子を得ることが困難であるばかりでなく、その粒度分布は非常に広いものとなる欠点を有していた。更に、懸濁重合法で製造されるトナーは基本的に真球状になるため、電子写真プロセスにおいてクリーニングが困難であった。

【0005】 一方、特開60-220358号公報及び特開4-28461号公報に開示された方法は、真球状ではない非球形粒子を得ることが可能であるが、粒径、粒度分布を制御することが困難で、反応終了後、所望の粒径、粒度分布にするために分級を必要とした。更に、特開4-28461号公報に開示された方法は、顔料分散粒子と重合体粒子のゼータ電位を調整し、顔料分散粒子と重合体粒子を電気的に凝集させ、非球形粒子を得るものであるが、これらは各分散粒子のゼータ電位を厳密に調節すること、顔料分散粒子と重合体粒子の平均粒径には大きな差があり、これら大粒子と小粒子の比率を厳密に定めないと平均粒径、粒度分布の制御が困難になってしまう。また、これら方法では強固に一体化した非球形粒子が得られ、充分な機械的強度を有していない。

【0006】 また、特開5-115572号明細書には、重合体粒子分散液に、この重合体粒子分散液の境界凝集速度以上の凝集剤を加え、更に水に無限溶解する有機溶媒を加え、重合体のガラス転移温度以上の温度で加熱融着し非球形粒子を得ることが提案されている。この方法によると上記の欠点を改善することができ、粒径、粒度分布の制御が容易で、しかも、充分な機械的強度を有する粒子を得ることができ、重合体粒子が反応容

【特許請求の範囲】

【請求項1】 イオン性解離基を有する重合体粒子を、重合体粒子分散液の境界凝集速度以上の電解質、水に無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面活性剤で処理し、複数の重合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次いで、凝集粒子を構成する重合体粒子間を加熱融着することとを特徴とする非球形粒子の製造方法。

【請求項2】 ノニオン界面活性剤を、該ノニオン界面活性剤の境界ミセル形成速度の1/2以上の濃度になるようを用いることを特徴とする請求項1記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項3】 イオン性解離基を有する重合体粒子が、顔料、染料、定着性改良剤、帯電制御剤の中から選択される少なくとも一種の成分を有する重合体粒子であることを特徴とする請求項1～2記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項4】 イオン性解離基を有する重合体粒子のイオン性解離基が、カルボキシル基、スルホキシル基、ホスホニル基、第一級アミノ基、第二級アミノ基、第三級アミノ基、第四級アンモニウム塩基から選択される少なくとも一種のイオン性解離基であることを特徴とする請求項1～3記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項5】 イオン性解離基を有する重合体粒子のイオン性解離基の一部又は全部を解離状態にすることを特徴とする請求項1～4記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項6】 加熱融着を、重合体粒子のガラス転移温度 (T_g) - 5℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (T_g) + 50℃の温度範囲で行うことを特徴とする請求項1～5記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項7】 水に無限溶解する有機溶媒が、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノールから選択される少なくとも一種の有機溶媒であることを特徴とする請求項1～6記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項8】 請求項1～7記載の製造方法で得られた非球形粒子。

【請求項9】 請求項8記載の非球形粒子を有することとを特徴とする電子写真用トナー。

【請求項10】 請求項8記載の非球形粒子よりなることを特徴とする生理活性物質固定担体。

【請求項11】 生理活性物質が、酵素、抗原、抗体、リセプター、デオキシリボ核酸、リボ核酸から選択され少なくとも一種の生理活性物質であることを特徴とする請求項10記載の生理活性物質固定担体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、非球形粒子及び非球形粒子の製造方法に関し、さらに詳しくは、電子写真、帯電印刷などにおける帯電画像を現像するためのトナーの製造、生理活性物質固定担体に関する。適した非球形粒子及び非球形粒子の製造方法に関する。

(5)

7
ン、銅等の二面の金属の塩、鉄、アルミニウム等の三面の金属の塩が挙げられる。具体的な例としては、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化リチウム、塩化カルシウム、塩化亜鉛、硫酸銅、硫酸マグネシウム、硫酸マンガン、塩化亜鉛、塩化鉄等を挙げることができる。特に一面の金属塩は、凝集をコントロールするのに好ましい。

【0033】水に無限溶解する有機溶媒としては、重合体粒子を溶解しないものの中から選択される。具体例として、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、tert-ブタノール、メトキシエタノール、エトキシエタノール、ブトキシエタノール等の水溶性アルコール類、アセトニトリル、ジオキサン等が挙げられる。これらのうち、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノールから選択される有機溶媒が好ましい。

【0034】本発明に用いるノニオン界面活性剤は、特に限定されるものではなく、水溶性で且つ水に無限溶解する有機溶媒が飽和された水溶液に溶解するものであればいづれでもよい。

【0035】本発明においてノニオン界面活性剤は、界面凝集濃度以上の電解質及び水に無限溶解する有機溶媒の添加によって生じられる凝集が適度に行き、重合体粒子が反応容器の壁、攪拌機等に付着し、非球形粒子の収率が低下することを防止する。この効果は、本発明に係るノニオン界面活性剤以外の界面活性剤、例えば、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤では得ることができない。

【0036】また、固体分粒子の分散安定化には高分分子分散剤が多用されているが、一般的に用いられている高分分子分散剤は水溶性重合体であり、これら水溶性重合体は、本発明の重合体粒子表面への吸着能が大きく、また、粒子表面への吸着された水溶性重合体を洗浄によって除去することは困難である。非球形粒子に残存した高分分子分散剤は、温度環境の変化により空気中の水分を吸着するので、非球形粒子を電子写真用トナーに用いる場合、トナーの帯電性能が環境によって大きく変動してしまう。

【0037】ノニオン界面活性剤は、これら欠点が無く過度の凝集生起を防止し、高収率で非球形粒子を得ることが可能である。

【0038】ノニオン界面活性剤は、一般的に、ポリエチレングリコール型、多価アルコール脂肪酸エステル型、多価アルコール脂肪酸部分エステル型に大別される。

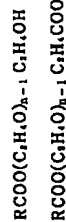
【0039】これらのノニオン界面活性剤は、親水性成分と親水性成分とを有しており、親水性成分と親水性成分の組み合わせによって、ノニオン界面活性剤が規定される。

【0040】親水性成分としては、例えば、ポリエチレ

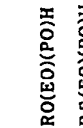
8
ングリコール [HO (C₂H₄O)_n-1 C₂H₄OH]、ポリエチレンオキシド (EO) [- (C₂H₄O)_n-]、n > 0)、ポリプロピレンオキシド (PO) [- (C₃H₆O)_n-]、n > 0)、グリセリン、ソルビタン、ジエタノールアミンに由来する成分が挙げられ、また、親水性成分としては、例えば、高級アルコール、高級チオアルコール、アルキルフェニール、ポリプロピレングリコール、高級脂肪酸、高級アミン、高級脂肪酸アミド、油脂、高級脂肪酸に由来する成分が挙げられる。

【0041】本発明に用いられるノニオン界面活性剤における親水性成分と親水性成分の組合わせとしては、下記のものから選択することができ、

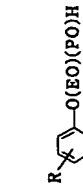
・ポリエチレングリコールと高級脂肪酸の組合わせ
【0042】
【化1】



・高級アルコールまたはチオアルコールとポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシドの組合わせ
【0043】
【化2】



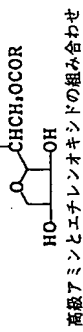
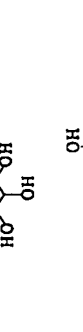
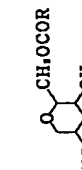
・アルキルフェニールとポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシドの組合わせ
【0044】
【化3】



・ポリエチレンオキシドとポリプロピレンオキシドの組合わせ
【0045】
【化4】



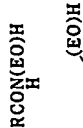
・高級脂肪酸とエチレンオキシド、ソルビタンエステル
の組合わせ
【0046】
【化5】



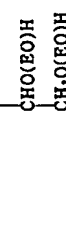
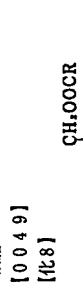
・高級アミンとエチレンオキシドの組合わせ
【0047】
【化6】

(6)

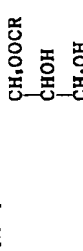
9
・高級脂肪酸アミドとエチレンオキシドの組合わせ
【0048】
【化7】



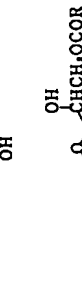
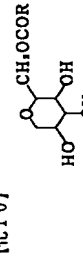
・油脂とエチレンオキシドの組合わせ
【0049】
【化8】



・高級脂肪酸とグリセリンエステルの組合わせ
【0050】
【化9】



・高級脂肪酸とソルビタンエステルとの組合わせ
【0051】
【化10】



・高級脂肪酸とエチレンオキシドの組合わせ
【0052】
【化11】



上記一般式中のRは、動植物油脂類に由来するものを除き合成品は一般的に分子量分布を持った分岐状または直鎖状の高級アルコール基である。また、高級アミン及び油脂におけるRは炭素数6〜22の飽和、不飽和アルコール基を示す。

【0053】本発明における、ノニオン界面活性剤の親水性成分は、界面凝集濃度（以下、CMCと略記する。）は常法に従って測定することが可能である。例えば、光散乱法、蒸気圧降下法、表面張力法、色素滴定法、屈折率法、伝

10

導度法等により求めることができる。これら測定法は、「改訂三版 油脂化学便覧」（編者 日本油脂化学協会、1990年、丸善（株）発行、東京）に記述されている。本発明において、CMCは、重合体水溶液に添加したときの室温における濃度を基準としている。また、界面活性剤のCMCは温度、共存イオン、共存有機溶媒等によって異なることが知られているが、本発明においては、添加される水性分散系を基準にして求めた値である。

【0054】以下に、本発明に用いることができるノニオン界面活性剤の具体例を示す。なお、参考のために、CMCの値を記載する。

(a) アルキルポリオキシエチレンエーテル類

(a-1) C₄H₉O-(CH₂CH₂O)₆H

[CMC=760ミリモル/l]

(a-2) CH₃CH(CH₃)CHO-(CH₂CH₂O)₆H

6H

[CMC=880ミリモル/l]

(a-3) n-C₆H₁₃O-(CH₂CH₂O)_nH

[n=3:CMC=100ミリモル/l]

[n=4, 5:CMC=90ミリモル/l]

[n=6:CMC=74ミリモル/l]

(a-4) n-C₈H₁₇O-(CH₂CH₂O)_nH

[n=1:CMC=4.9ミリモル/l]

[n=3:CMC=7.5ミリモル/l]

[n=6:CMC=9.9ミリモル/l]

[n=9:CMC=13ミリモル/l]

(a-5) n-C₁₀H₂₁O-(CH₂CH₂O)_nH

[n=3:CMC=0.6ミリモル/l]

[n=4:CMC=0.64ミリモル/l]

[n=5:CMC=0.9ミリモル/l]

[n=9:CMC=1.3ミリモル/l]

(a-6) n-C₁₂H₂₅O-(CH₂CH₂O)_nH

[n=5:CMC=0.04ミリモル/l]

[n=6:CMC=0.082ミリモル/l]

[n=7:CMC=0.082ミリモル/l]

[n=9:CMC=0.1ミリモル/l]

[n=12:CMC=0.14ミリモル/l]

本発明の非球形粒子は、イオン性界面活性剤を有する重合体粒子を、重合体粒子分散液の界面凝集濃度以上の電解質、水に無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面活性剤で処理し、複数の重合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次いで、凝集粒子を構成する重合体粒子間を加熱溶解することにより形成されるが、イオン性界面活性剤を有する重合体粒子、重合体粒子分散液の界面凝集濃度以上の電解質、水に無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面活性剤の添加順序は特に限定されない。

【0055】以下に、本発明の非球形粒子の製造方法の具体例を示すが、本発明の非球形粒子の製造方法は下記の具体例によって限定されるものではない。

50

(9)

15

リル酸 1.84 g、tert-ドデシルメルカプタン 0.6 g を添加し、窒素気流下、500 rpm の攪拌速度で攪拌を行い、ついで、内温を 70℃ に昇温した。この状態で、過硫酸カリウム 1.0137 g を脱気したイオン交換水 50 ミリリットルに溶解した重合開始剤水溶液を添加した。(この時のドデシル硫酸ナトリウム濃度は、3.99×10⁻³モル/1であり、ドデシル硫酸ナトリウムの CMC は 8×10⁻³モル/1である。)

この状態で 7 時間混合を行った後、室温まで冷却し、N₂ 液 (PD-2) を得た。

【0081】光散乱電気泳動法測定装置 ELS-800 (大塚電子工業 (株) 製) を用いてこの重合体粒子水性分散液 (PD-2) の粒径を測定したところ平均粒径 0.19 μm であった。更に重量平均分子量 (M_w) 及び分子重量分布 (M_w/M_n) を高速 GPC 装置 HLC-8020 (東ソー (株) 製) を用い、また、ガラス転移温度を熱分析装置 TA-50 (株) 島津製作所製) を用いて測定した。

【0082】得られた結果を、表 1 に示す。

【0083】重合体粒子水性分散液 (PD-3)、(PD-4)、(PD-5) の作成 重合体粒子水性分

16

* 散液 (PD-2) の作成において、カーボンブラックに代えて、シアソ顔料 (KET Blue 104、大日本インキ化学工業 (株) 製)、マゼンタ顔料 (PINK E02 Toner Grade、ヘキスト社製)、イエロー顔料 (KET Yellow 403、大日本インキ化学工業 (株) 製) を用いた他は重合体粒子水性分散液 (PD-2) の作成と同様にして重合体粒子水性分散液 (PD-3)、(PD-4)、(PD-5) を作成した。

【0084】光散乱電気泳動法測定装置 ELS-800 (大塚電子工業 (株) 製) を用いてこの重合体粒子水性分散液 (PD-3)、(PD-4)、(PD-5) の粒径を測定したところ、それぞれ平均粒径 0.24 μm、0.28 μm、0.30 μm であった。更に重量平均分子量 (M_w) 及び分子重量分布 (M_w/M_n) を高速 GPC 装置 HLC-8020 (東ソー (株) 製) を用い、また、ガラス転移温度を熱分析装置 TA-50 (株) 島津製作所製) を用いて測定した。

【0085】得られた結果を、表 1 に示す。

【0086】

【表 1】

	平均粒径 (μm)	重量平均分子量 (M _w)	分子重量分布 (M _w /M _n)	ガラス転移温度 (℃)
PD-1	0.23	4.3×10 ⁴	2.24	62.8
PD-2	0.19	3.2×10 ⁴	2.46	61.9
PD-3	0.24	2.5×10 ⁴	2.22	62.3
PD-4	0.28	2.8×10 ⁴	2.18	62.5
PD-5	0.30	2.5×10 ⁴	2.39	61.7

実施例 1

重合体粒子水性分散液 (PD-1) 250 ミリリットルに、5 規定の水酸化ナトリウム水溶液を添加し、pH=9.0 に調整し、重合体中のイオン性解離基を有するメタクリル酸エニットを、ナトリウム塩の形にし、解離状態にした。これを冷却管、攪拌装置、温度計付き 500 ミリリットルの 4 頸セラパラフルラスコに入れ、室温下 250 rpm で攪拌した。

【0087】ここに、塩化カリウム 10.25 g を 50 ミリリットルの蒸留水に溶解した重合体水溶液を添加した。この状態で、重合体濃度は 0.5 モル/1 である。

【0088】なお、光散乱電気泳動法測定装置 ELS-800 (大塚電子工業 (株) 製) を用い、塩化カリウムの濃度を定量化させ、ゼータ電位を測定し、ゼータ電位が低下した点から重合剤に塩化カリウムを用いた場合の重合体粒子水性分散液 (PD-1) における界面活性剤の濃度を求めたところ、0.12 モル/1 であった。

【0089】更に、2-プロパノールを 42.5 ミリリットルに添加し、次いで、ポリオキシエチレン (10) オクタフルエニルエーテル (和光純薬工業 (株) 製) 2.00 g を蒸留水 10 ミリリットルに溶解した水溶液を添加した。

【0090】なお、ポリオキシエチレン (10) オクタフルエニルエーテルの CMC は 0.7 g/100 ミリリットルであり、この状態でほぼ臨界ミセル形成濃度になっている。

【0091】更に、攪拌しつつ内温を 85℃ まで昇温し、そのまま 6 時間反応を続け、次いで、室温まで下げ、非球形粒子分散液を取り出した。

【0092】レーザ-回折粒度測定装置 SALD-1100 (株) 島津製作所製) を用い、得られた非球形粒子 (1) の体積平均粒径 (d₅₀) 及び粒径分布 (σ₅₀/d₅₀) の測定を行った。

(10)

17

【0093】更に、フラスコ壁及び攪拌翼に固着した重合体を回収し、先に取り出した非球形粒子分散液中の粒子重量とから収率を算出した。

【0094】更に、ポリオキシエチレン (10) オクタフルエニルエーテル (和光純薬工業 (株) 製) の添加量を 1.50 g、1.00 g、0.50 g と変更し、また、添加しなかった以外は上記と同様にして非球形粒子

	体積平均粒径 (d ₅₀) (μm)	粒径分布 (σ ₅₀ /d ₅₀)	収率 (%)
非球形粒子 (1)	5.37	0.48	98.6
非球形粒子 (2)	5.41	0.45	97.3
非球形粒子 (3)	5.48	0.45	96.7
非球形粒子 (4)	5.61	0.48	88.1
非球形粒子 (5)	5.42	0.48	79.3

表 2 の結果から、本発明の方法に従って作成した非球形粒子 (1) ~ (4) は粒径分布が非常に狭く、更に、収率が良好なことが分かる。一方、比較的非球形粒子 (5) は、粒径分布は本発明と同等に狭いものであるが、収率が落ちることが分かる。

【0097】実施例 2

実施例 1 において、重合体粒子水性分散液 (PD-1) に代え、表 3 に示す重合体粒子水性分散液 (PD-2) ~ (PD-5) を用い、また、使用するノニオン界面活性剤を表 3 に示すノニオン界面活性剤に代え、ノニオン

界面活性剤の使用量を表 3 に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして非球形粒子 (6) ~ (21) を作成した。

【0098】なお、塩化カリウムを用いた場合の、重合体粒子水性分散液 (PD-2) ~ (PD-5) における臨界重合濃度は、それぞれ 0.10 モル/リットル、0.11 モル/リットル、0.09 モル/リットル、0.13 モル/リットルであった。

【表 3】

(11)

19	水性分散液 No.	分散剤 (セル/リ)	界面活性剤	界面活性剤 添加量 (g/100ml)	20
非球形粒子 (6)	PD-2	0.5	ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル	1.0	本発明
非球形粒子 (7)	PD-3	0.5	ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル	1.5	本発明
非球形粒子 (8)	PD-4	0.5	ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル	2.0	本発明
非球形粒子 (9)	PD-5	0.5	ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル	3.0	本発明
非球形粒子 (10)	PD-2	0.5	$(\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{O})(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$	2.5	本発明
非球形粒子 (11)	PD-2	0.5	モノラウリン酸ポリオキシ エチレンソルビタンエースタル	2.5	本発明
非球形粒子 (12)	PD-2	0.5	モノパルミチン酸ポリオキシ エチレンソルビタンエースタル	2.5	本発明
非球形粒子 (13)	PD-2	0.5	モノステアリン酸ポリオキシ エチレンソルビタンエースタル	2.5	本発明
非球形粒子 (14)	PD-2	0.5	モノオレイン酸ポリオキシ エチレンソルビタンエースタル	2.5	本発明
非球形粒子 (15)	PD-2	0.5	スタアリン酸ポリオキシ エチレン	2.5	本発明
非球形粒子 (16)	PD-2	0.5	シラモノステアリン酸 エースタル	2.5	本発明
非球形粒子 (17)	PD-2	0.5	ポリオキシエチレン(10) ノニルフェニルエーテル	2.5	本発明
非球形粒子 (18)	PD-2	0.5	ドデシル硫酸ナトリウム	2.5	比較
非球形粒子 (20)	PD-2	0.5	ドデシルベンゼンスルホン酸 ナトリウム	2.5	比較
非球形粒子 (20)	PD-2	0.5	$\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{N}(\text{CH}_2)_4\text{Cl}$	2.5	比較
非球形粒子 (21)	PD-2	0.5	ポリ-N-ヒロリドン	2.5	比較

得られた非球形粒子 (6) ~ (21) について、実施例 [0100]

1と同様にして体積平均粒径及び粒度分布の測定し、ま 30 [表4]

た、収率の測定を行った。得られた結果を表4に示す。

(12)

21	平均粒径 (d ₅₀) (μm)	粒度分布 (σ _m /d _m)	収 率 (%)	22
非球形粒子 (6)	5.33	0.47	83	本発明
非球形粒子 (7)	5.28	0.48	94	本発明
非球形粒子 (8)	5.18	0.43	97	本発明
非球形粒子 (9)	5.15	0.42	98	本発明
非球形粒子 (10)	5.73	0.48	91	本発明
非球形粒子 (11)	5.48	0.51	92	本発明
非球形粒子 (12)	5.02	0.52	89	本発明
非球形粒子 (13)	5.32	0.48	91	本発明
非球形粒子 (14)	5.55	0.53	90	本発明
非球形粒子 (15)	5.92	0.48	92	本発明
非球形粒子 (16)	6.03	0.51	91	本発明
非球形粒子 (17)	5.13	0.48	89	本発明
非球形粒子 (18)	5.37	0.56	73	比較
非球形粒子 (19)	5.32	0.48	71	比較
非球形粒子 (20)	5.36	0.57	88	比較
非球形粒子 (21)	5.62	0.51	82	比較

表4の結果から、本発明の方法に従って作成した非球形粒子 (6) ~ (17) は残渣が少なく、収率が高いが、比較的非球形粒子 (18) ~ (21) は、収率が低いことが分かる。

【0101】実施例3

実施例2で得られた本発明の非球形粒子 (6) ~ (9) 及び比較的非球形粒子 (21) を通過した後、純水を用い何度も洗浄を繰り返して、各重合体のガラス転移温度 (T_g) 以下の温度で乾燥し、トナー粒子とした。更に、平均粒径 6.0 μm のフエライトコアをスチレン-7 *

を、低温・低湿度 (10℃、20RH%) の条件において測定した。

温度 (40℃、80RH%) の条件において測定した。

結果を以下の表5に示す。

【0103】 [表5]

	帯電量 [μC/g]		帯電量 [μC/g]
	低温・低湿度 [10℃、20RH%]	高温・高湿度 [40℃、80RH%]	
現像剤 (1)	-23.0	-21.5	1.5
現像剤 (2)	-24.5	-24.0	0.5
現像剤 (3)	-22.0	-22.0	0
現像剤 (4)	-21.5	-19.5	2.0
現像剤 (5)	-28.5	-14.5	12.0
			比較

表5の結果から、本発明の現像剤 (1) ~ (4) は、低温・低湿度の条件下での帯電量と高温高湿度の条件下での帯電量の差が小さく、実際の環境下で、電子写真方式の複写機、プリンターのトナーと比べて問題がある。

(13)

23

【0104】実施例4

実施例3で得られた現像剤(1)～(4)を用い、コン
カU-Bix 9028(コニカ株式会社製)でテスト
チャートで常温・常湿(25℃、55%RH)、低温・
低湿(10℃、20%RH)、高温・高湿(40℃、8*

24

*0%RH)の条件下で各1000プリントづつコピーを
行い、最大濃度の変化を調べた。得られた結果を表6に
示す。 【0105】

【表6】

	常温・常湿度 [25℃、55RH%]	低温・低湿度 [10℃、20RH%]	高温・高湿度 [40℃、80RH%]
現像剤(1)	1.35	1.37	1.33
現像剤(2)	1.32	1.34	1.31
現像剤(3)	1.36	1.38	1.36
現像剤(4)	1.31	1.35	1.30

表6に示されているように、本発明の現像剤は安定した
性能を示す。

【0106】実施例5

実施例1で得られた非球形粒子(1)～(5)を透過、
洗浄し、乾燥した。得られた粒子を、0.5モル/リッ
トルのリン酸緩衝液(pH=7.2)に再分散し、D
C及びグルコアミラーゼを添加し、5℃で24時間反
応を行った後、透過し、0.5モル/リットルのリン酸
緩衝液(pH=7.2)で洗浄を行った。得られたグ
ルコアミラーゼ固定化粒子を同重量で、恒温ジャケッ
付きカララムに充填し、37℃に保温しつつ、オリゴサッ
カライド水溶液[0.5モル/リットルリン酸緩衝液
(pH=7.5)]を通過した。5時間後にオリゴサッ

カライド水溶液を分取し、高速液体クロマトグラフを用い、生成したグルコースを定量したところ、本発明の非球形粒子を担体として用いた場合、圧損失もなく、グルコースへの転化率も98%と良好であった。

【0107】

【発明の効果】本発明によれば、粒径が制御され、粒度分布が狭く、機械的強度が高い粒子を含む非球形粒子を高い収率で合成でき、また、得られた非球形粒子を含有する電子写真用トナーは、帯電分布が優れ、解像度が高く、カブリ、飛散等が生じにくく、得られた非球形粒子よりなる生理活性物質固定化担体は、生理活性物質の担持量が多く、通過の際の圧損失が小さい。